

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re PATENT APPLICATION of
Sunamori, et al.

Confirmation No: Not Available
Attorney Docket No. 46440

Appln. No.: Not Available

Group Art Unit: Not Available
Examiner: Not Available

Filed: December 12, 2003

Title: PROCESS FOR PRODUCING COLORANTS

December 12, 2003

SUBMISSION OF PRIORITY CLAIM AND PRIORITY DOCUMENT
IN ACCORDANCE WITH THE REQUIREMENTS OF RULE 55

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

It is respectfully requested that under the provisions of 35 U.S.C. 119/365, this application be given the benefit of the foreign filing date of the following, a certified copy of which is submitted herewith:

| <u>Application No.</u> | <u>Country of Origin</u> | <u>Filed</u> |
|------------------------|--------------------------|----------------|
| 2003-110438 | Japan | April 15, 2003 |

Respectfully submitted,

Manelli Denison & Selter, PLLC
Customer No. 20736

By Paul E. White, Jr.

Paul E. White, Jr.
Reg. No. 32,011
Tel. No.: (202) 261-1050
Fax No.: (202) 887-0336

2000 M Street, N.W.
Seventh Floor
Washington, D.C. 20036
(202) 261-1000

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 4 月 1 5 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 1 0 4 3 8
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 1 0 4 3 8]

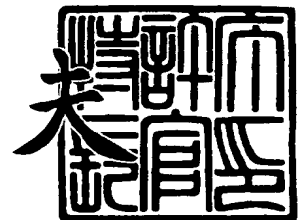
出 願 人 大 成 化 工 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):



2 0 0 3 年 1 1 月 1 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 2 8 3 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 DA-03457

【提出日】 平成15年 4月15日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D 11/02

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県船橋市古和釜町 7 8 8 - 6 4 番地

 【氏名】 砂盛 敬

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県三郷市早稲田 2 丁目 4 番 6 号 1 0 7

 【氏名】 門脇 史之

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県四街道市大日 9 番地の 8 2

 【氏名】 井尻 博文

【特許出願人】

 【識別番号】 592161213

 【氏名又は名称】 大成化工株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100066692

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 浅村 皓

【選任した代理人】

 【識別番号】 100072040

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 浅村 肇

【選任した代理人】

 【識別番号】 100120732

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 浅村 昌弘

【選任した代理人】

【識別番号】 100102897

【弁理士】

【氏名又は名称】 池田 幸弘

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002901

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 着色剤（カララント）の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 疎水性色素物質、両性電解質及び水で構成されるカララントの製造方法であって、

疎水性着色物質を水と混和し得る有機溶剤中に溶解し、該疎水性着色物質濃度が 1 ～ 10 重量%の範囲にある色素物質溶液を得る工程；

該色素物質溶液をアニオン交換樹脂及び／又はカチオン交換樹脂と接触させて、精製色素物質溶液を得る工程；

該精製色素物質溶液を、10 重量%以下の濃度で両性電解質を含む脱イオン水溶液の中に攪拌滴下し、精製色素物質の含水有機溶剤溶液を得る工程；

該精製色素物質の含水有機溶剤溶液中の有機溶剤分を、必要に応じて脱イオン水及び／又は有機溶剤を供給しながら、及び必要に応じて減圧下で、水と該有機溶剤との共沸蒸留により除去して、色素物質及び両性電解質を含む水溶液を得る工程；及び

該色素物質及び両性電解質を含む水溶液を高速遠心分離する工程、を含む、上記方法。

【請求項 2】 該両性電解質を含む脱イオン水溶液が、該色素物質及び両性電解質を含む水溶液である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 疎水性色素物質が油溶性染料であり、両性電解質がアミノ酸である、請求項 1 又は 2 の製造方法。

【請求項 4】 疎水性色素物質が油溶性染料であり、両性電解質が等電点 6 以上の両性電解質である請求項 1 又は 2 の製造方法。

【請求項 5】 疎水性色素物質が油溶性染料であり、両性電解質がアルギニン、ヒスチジン、グリシン又はこれらの組み合わせである、請求項 1 又は 2 の製造方法。

【請求項 6】 請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載の方法により得られる、カララント。

【発明の詳細な説明】

【0001】**【発明の属する技術分野】**

本発明は I T 関連機器に用いられる着色剤に関する。

さらに詳しくは、低い粘性、特に高い温度における低い粘性が要求される、ピエゾ効果利用のインクジェット方式プリンター、或いはバブルジェット方式プリンター等の用途におけるカラーインキのための着色剤に関する。

【0002】**【従来の技術】**

インクジェットプリンターに使用されているカラーインキの着色剤では、色素物質として、当初油溶性の色素物質と有機溶剤とで構成される油性インキが用いられていたが、最近では水性化のニーズの要請によって開発された水に可溶性色素物質による水性インキが主流となり使用されてきた。

しかし、水に可溶性色素物質による水性インキは、使用されている色素物質の光に対する耐久性が弱いために、印刷物の色彩の光劣化が起きやすい。この問題を改善するために色素物質として光に対する耐久性が大きい顔料物質の活用が目され実用化されつつあるのは周知のことである。

【0003】

色素物質としての顔料は媒体中で分子状態となる可溶性色素物質と異なり媒体中で粒子状に分散状態となる物質である。従って、顔料への転換は、その分散法即ち、如何に粒子径を小さくして溶解状態に近づけるかの分散技術の開発によって初めて可能となったわけでありこの事も周知のことである。

周知の如く、インクジェット用インキは使われる機械の方式とは無関係に、本質的に細管中で化学物質である液状のインキを高速で移動させる手法を伴うものである。従って、色の条件を支配する因子は使用する色素物質の化学構造である。それを除外すると、液状のインキに課せられる物理化学的条件は、粘性とその温度依存性によるものであり、詳しくは粘性を支配する媒体の粘度、溶解又は分散している溶質の空間的大きさ、及び濃度とその温度依存性の特性である。

【0004】

この観点から進められている開発努力は色素物質の微粒子分散法と、単独で分

散し得ない色素物質の微粒子分散を必須成分として助けしかも粘度を大きくしない分散剤の同時開発である。例えば、機械力と化学的な分散力を組み合わせたもの（特許文献 1 を参照）、微粒子分散体を化学的に製造するもの（特許文献 2 ～ 4 を参照）、分散機能を持つ両性樹脂に関するもの（特許文献 5 を参照）等がある。

【 0 0 0 5 】

一方、水に可溶である利点を生かす水溶性色素物質を含む着色剤の改良については、欠点である光耐久性を改良する手法として、水溶性色素物質を両性電解質であるアミノ酸等と組み合わせたもの（特許文献 6 ～ 9 を参照）がある。

【 0 0 0 6 】

さらに、顔料の代わりに油性染料系色素物質を用い、水溶性樹脂分散剤とを組み合わせ、水に可溶である水溶性染料系色素物質の耐水性を向上させる試み（特許文献 1 0 及び 1 1 ）もなされている。

【 0 0 0 7 】

このように、現状では色素物質の性質に応じ、その特徴を生かした、インクジェットインキの開発が続行されているものの、まだ要求される品質を十分に満たすインキの提供という、開発完了の状態には到達してはいない。

【 0 0 0 8 】

即ち、この実状を概観するに、顔料系は耐久性の点で有利だが微粒子化を要するので、製造上、高性能で高価な分散機が必要となる。さらに、高分子分散剤が必要とされるために低粘度化に限界があり、結果的に使用できる機器も限定される（機械選択性）。

油性染料系の色素物質を水性分散液として使用する方法は分散機が必要になる点、及び分散剤を使用する点で上記の顔料系と大差はない。

水に可溶な水性染料の光耐久性を向上する手法は画期的だが、元来光劣化色素物質を用い光劣化防止のための物質を必要とするので信頼性に不安を残すと思われる。

【 0 0 0 9 】

【特許文献 1】 特許第 3 0 6 9 5 5 0 号明細書

【特許文献2】 特許第2879029号明細書

【特許文献3】 特許第3051723号明細書

【特許文献4】 特許第3093566号明細書

【特許文献5】 特許第296387号明細書

【特許文献6】 特開2001-139854号公報

【特許文献7】 特開2000-136335号公報

【特許文献8】 特開平9-12944号公報

【特許文献9】 特開平7-228816号公報

【特許文献10】 特開2000-249689号公報

【特許文献11】 特開2000-249687号公報

【0010】

【本発明が解決しようとする課題】

これら従来の一長一短の着色剤の実状を克服できる、機械選択性のない、光耐久性の大きな、信頼性の高い、しかも安価なインクジェットインキ用の着色剤の出現が望まれている。

したがって、本発明の課題とするところは、化学的、物理的手段を駆使して、前述の「機械選択性のない、光耐久性の大きな、信頼性の高い、しかも安価なインクジェットインキ用の着色剤」を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため、鋭意研究を行った結果、以下で説明する技術手段により本発明を達成することできたのである。

先ず第一に、発明者らは色素物質の光による劣化がどのようにして起きるか調べ、その機構を或程度まで、把握することができた。

具体的には、水溶性染料の光劣化の反応を解析すると、その色濃度即ち吸光度の光暴露による径時的変化は加速度的に変化するので、あたかも化学反応における自己触媒反応のように反応し、近接する色素分子が光劣化して分解物が出来るとその分解物が正常の色素を分解し光劣化させると解釈するのが妥当であることが分かった。そして実際、溶液中の色素に比べ膜中の色素の方が光劣化は大きい

ことも確認された。

【0012】

第二に、本発明の目的を満たす色素物質に何を選ぶかについて考え次の結論を得た。水溶性色素は、油溶性色素に比べ水溶化の機能を色素分子に付与しているのであるから、油溶性色素物質の方が化学的に安定性が高いと考えられ、このま

しい。

【0013】

第三に、色素物質は染料でも顔料でも不純物電解質を核にして凝集体を作るか、あるいは会合している。これをバラバラにするには、媒体が水であろうと有機溶剤であろうとイオン交換手法の適用により可能であることを見出した。

【0014】

第四に、油溶性色素物質の有機溶剤溶液を用いる場合、水性媒体への転換（相転換）することが好ましい。本発明者らは、この相転換は、色素物質を出来るだけ溶解させた状態で、それでもなお凝集或いは会合している物質をイオン交換でバラバラにし、その状態を保持したまま、両性電解質が溶けている水相に少量ずつ滴下することにより容易に行うことができることを発見した。これは、両性電解質が、相転換後の色素物質を再凝集する恐れのある電解質不純物に対し、それが酸であろうと塩基であろうと、反対の基として作用して安定化する効果（米国特許3652478号）を有するためと考えられる。

さらに、本発明の着色剤においては、色素物質は微粒子であることが必須条件であるので図らずも存在する粗の粒子は当然除去すべきことはいうを俟たない。

【0015】

すなわち本発明は、一の態様において、疎水性色素物質、両性電解質及び水で構成されるカララントの製造方法であって、

疎水性着色物質を水と混和し得る有機溶剤中に溶解し、該疎水性着色物質濃度が1～10重量%の範囲にある色素物質溶液を得る工程；

該色素物質溶液をアニオン交換樹脂及び／又はカチオン交換樹脂と接触させて、精製色素物質溶液を得る工程；

該精製色素物質溶液を、10重量%以下の濃度で両性電解質を含む脱イオン水

溶液の中に攪拌滴下し、精製色素物質の含水有機溶剤溶液を得る工程；及び

該精製色素物質の含水有機溶剤溶液中の有機溶剤を、必要に応じて脱イオン水及び／又は有機溶剤を供給しながら、及び必要に応じて減圧下での、水と該有機溶剤との共沸蒸留により除去して、色素物質及び両性電解質の水溶液を得る工程、を含む、上記方法に関する。

さらに、本発明は、他の態様において、該両性電解質を含む脱イオン水溶液が、有機溶剤分を共沸蒸留により除去する工程又は高速遠心分離工程により得られる、色素物質及び両性電解質の水溶液である、前記の方法に関する。

【0016】

【発明の実施の形態】

さらに詳しく本発明の実施の形態を説明する。

なお、本明細書中で、本発明の方法に含まれる各工程を、第一工程～第五工程と呼ぶが、これらは単に説明のために番号を付したに過ぎず、各工程を行う順番を制限するものではない。以下の説明のとおり、第四工程又は第五工程の生成物をさらに第三工程で使用する態様も本発明の精神及び範囲内である。

【0017】

本発明の、疎水性着色物質の光耐久性と水溶液安定性に優れることを特徴とするカララントの製造方法は粉末状の疎水性色素物質を水と混和できる有機溶剤に溶解する工程（第一工程）を含む。

本発明の方法において用いられる疎水性色素物質は、好ましくは粉末の形態にある。また、疎水性色素物質としては、主として油溶性の染料を想定している。本発明において使用できるものとしては、C. I. No. で表示すると、SY146、SY88、SY25、SY89、SY79、SY83-1、SY83、SY62、SY79、SY32、SY19、SY81、SY82、SR130、SR233、SR125、SR122、SR127、SR92、SR124、SR89、SR8、SR91、SR109、SR119、SR160、SR118、SR132、SR218、SB136、SB45、SB44、SB70及びSB38等が含まれる。

また、本発明においては、疎水性色素物質として顔料も使用することができる。顔料の色はその顔料の化学構造に由来するものであり、その化学構造によって支配される有機溶剤耐性も一様ではない。従って、有機溶剤耐性の大きくない顔

料であれば対象となり得ることは言うまでもない。また、顔料の化学構造次第では有機溶剤に混合するだけで油溶性染料に近い溶解状態に分散するものである。これらも同様に本発明の方法において使用することができる。

【0018】

本工程で採用する有機溶剤は、疎水性色素物質をよく溶解でき、かつ、後続の工程で両性電解質（例えばアミノ酸）の水溶液に滴下希釈することから、水と混和性であるものあれば、特に制限されない。使用可能な有機溶剤としては、イソプロピルアルコール、エチルアルコール、メタノール、アセトン、テトラヒドロフラン、エチレングリコール、エチレングリコールのモノアルキルエーテル誘導体、プロピレングリコール、プロピレングリコールのモノアルキルエーテル誘導体、グリセリン、ジエチレングリコール及びそのアルキルエーテル誘導体が包含される。なかでもイソプロピルアルコールが特に好ましい。

【0019】

本工程では、色素物質を、例えば、加温装置、還流コンデンサー、攪拌機付きの溶解タンクを用い、必要に応じて攪拌する等、当業者に周知の方法により、上記有機溶剤中に溶解させることができる。

【0020】

次に、上記色素物質溶液の精製工程（第二工程）について説明する。

本発明の精製工程は、上述の色素物質溶液をイオン交換に付すことにより行う。イオン交換の方法は、イオン交換樹脂にイオン交換塔を用いて接触させる等、当業者に周知のものを採用することができる。好ましくは、上記の色素物質溶液に、あらかじめOH型に活性化してあるアニオン交換樹脂及び／又はH型に活性化してあるカチオン交換樹脂を10ミクロンから1000ミクロンの間に粒子径分布を持つ粉末状に粉碎し、必要に応じて乾燥した粉末イオン交換樹脂を0.1乃至10重量%の範囲で添加し、攪拌したのち該粉末イオン交換樹脂を除去することにより行うことができる。

【0021】

カチオン交換及びアニオン交換の両方を行う場合、イオン交換樹脂の添加攪拌によるイオン交換は、カチオン交換を先に行ない除去した後、同様にアニオン交

換を行なってもよい。また、二つのイオン交換樹脂粉末を同時に添加攪拌してもよい。また交互にイオン交換を繰り返してもよい。イオン交換樹脂粉末によるイオン交換は有機溶剤中でも水中でも同等のイオン交換効果をもたらす。

【0022】

本工程において使用できるイオン交換樹脂は、強塩基型アニオン交換樹脂、弱塩基型アニオン交換樹脂、強酸型のカチオン交換樹脂、弱酸型のカチオン交換樹脂のいずれでもよい。また、イオン交換樹脂の構造については特に制限はない。ポーラス型でもゲル型でもよい。これらの選択は対象とする電解質の性質と分散液のpHにより原則的には選択すべきである。しかし、一般的に無難な使用法で効果があるため、好ましいものは強塩基型アニオン交換樹脂のダイヤイオンSA-20AとダイヤイオンWK-10である。

【0023】

イオン交換は30分以上行えば充分である。

イオン交換樹脂の粉末化にはボールミル、擂り鉢様粉碎機、石臼様粉碎機を用いることができる。

また、上記色素物質溶液からイオン交換後の樹脂粉末を除去するには、濾過材面に垂直方向に粒子を補足できる濾過材を用いるか、同様な機能を発現する濾過助剤を用いて加圧濾過することができる。

【0024】

本発明の方法はさらに、上記精製色素物質溶液を、10重量%以下の濃度で両性電解質を含む脱イオン水溶液中に攪拌滴下し、該精製色素物質と該両性電解質を含む含水有機溶剤溶液を得る工程（第三工程）を含む。

この工程で用いられる脱イオン水は、好ましくは、 $5\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の電気伝導度を有する。

この工程で得られる含水有機溶剤溶液中の色素物質の濃度は制限されず、その用途に応じて変えることができる。インクジェット用インキの製造の場合には、例えば該濃度が1～5重量%であることが好ましい。

【0025】

本工程で用いる、上記両性電解質を含む脱イオン水溶液は、単に両性電解質を

脱イオン水中に溶解することにより得られる水溶液であっても、又は、以下に説明する第四工程又は第四工程及び第五工程によって得られる、色素物質と両性電解質を含む水溶液であってもよい。つまり、本工程は、本工程で得られた精製色素物質と両性電解質を含む含水有機溶剤溶液を以下の第四工程又は第四工程及び第五工程に付して得られた、精製色素物質及び両性電解質を含む水溶液に対して、第二工程で得られる精製色素物質溶液を滴下するという態様も包含する。この態様による利点は、絶えず同じ滴下希釈の条件で第三工程を行うことが出来、結果的に安定な濃縮液を得ることが可能になることである。

【0026】

本工程で使用する両性電解質としてはアミノ酸が好ましい。等電点6以上のアミノ酸であるアルギニン、ヒスチジン、グリシンがより好ましい。

さらに、本工程で利用できる両性電解質としては、アミノ酸に加え、高分子合成法によって合成される樹脂としての域をはずれた、重量平均分子量が1000以下の低分子量物であるオリゴマー類、例えば、メタクリル酸、ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、及びその他のアルキル（メタ）アクリレート又はスチレン等の疎水性平量体との共重合物である両性電解質なども用いることができる。

【0027】

次に第四工程を説明する。

本工程は第三工程で得られた該精製疎水性色素物質と該両性電解質を含む含水有機溶剤溶液を脱溶剤して色素物質と両性電解質を含む水溶液を得る為の工程である。

これには、温度制御装置、還流装置、減圧装置と攪拌機能を備えた蒸留機を用い、必要に応じて減圧下で、水と有機溶剤との共沸蒸留を行うことにより、水単独の溶液系に転換すればよい。その際、工程の進展に伴い、濃度が上昇するので、適宜必要に応じて脱イオン水及び／又は有機溶剤を供給しながら行えばよい。この手法は当業者に周知の水への溶剤置換（相転換）の常法である。

得られる溶液は若干の粗粒子を含んでいるので、後高速遠心分離すればよい（第五工程）。その回転数は粗粒によって適宜定めることができるが、好ましくは

、5000～15000rpmである。

かくして、最終的に不純物電解質及び色素物質の粗粒が低減された、該両性電解質を必須成分とする該精製疎水性色素物質と水を含むカララントが得られる。

【0028】

なお、上記第四工程又は第四工程及び第五工程により得られる色素物質と両性電解質を含む水溶液を、第三工程における、両性電解質を含む水溶液として使用し得ることは上記のとおりである。

【0029】

以下に実施例で詳しく説明する。

【0030】

【実施例】

例1

本発明の第一及び第二工程を次のように実施した。先ず、下記の組成の溶液を還流機、攪拌機、滴下漏斗を備えた四つ口2Lフラスコで常温溶解した。

| | |
|--|--------|
| 青色色素物質SB70（オリエント化学製VALIFAST BLUE 2606） | 25重量部 |
| イソプロピルアルコール | 475重量部 |

これに対して、あらかじめOH型に活性化して十分洗浄し、水分をろ紙で取り除いた強塩基型アニオン交換樹脂SA-20A（三菱化学製“ダイヤイオン”）50重量部を用意し、これを陶器の乳鉢で細かく粉碎したものを25重量部加えて常温で30分攪拌した。この時の粉末イオン交換樹脂の粒度はCAPA500（堀場製光学式粒度測定器）で水中で測定したところ10乃至800ミクロンであった。

次いで得られた溶液を工業用ろ紙NO. 126の上に工業用片ネル濾過布を重ねたものを濾過材として圧力0.2mPaの圧力以下で丁寧にろ過し透明な着色液を得た。

【0031】

得られた液を小分けして同様のフラスコで最初はアルギニン9%の水溶液を脱イオン水で薄めた液中に攪拌滴下した。この液をそのまま加熱し減圧蒸留濃縮し

、冷却した液を得た。次に、前工程で得られた小分けした液の他の部分を当該溶液中に、滴下した。同様に、減圧蒸留により濃縮した液に、着色液を滴下する操作を繰り返し、結果的に5%の色素物質濃度の水溶液を得た。結局、アルギニンのみを含む水溶液への滴下を一回と、蒸留した色素物質とアルギニンを含む水溶液への滴下を三回の、計四回の滴下操作を行った。操作の内容、及びその間の液体の物性の経過等を下記表1にまとめた。

表1

| 工程 | 染料液添加回数 液記号 | 1回目 ① | 2回目 ② | 3回目 ③ | 4回目 ④ |
|------|--------------------|----------|----------|----------|----------|
| 第三工程 | 上記染料溶解液(重量部) | 100 | 100 | 100 | 100 |
| | 脱イオン水DIW(重量部) | 178 | | | |
| | アルギニン(9%)水溶液(重量部) | 222 | | | |
| | 使用液 ①(重量部) | | 400 | | |
| | 使用液 ②(重量部) | | | 400 | |
| | 使用液 ③(重量部) | | | | 400 |
| | 合計 | 500 | 500 | 500 | 500 |
| 第四工程 | IPA除去後の理論値 | | | | |
| | Dye濃度 | 1.25% | 2.50% | 3.75% | 5.00% |
| | Arg濃度 | 5.00% | 5.00% | 5.00% | 5.00% |
| | Dye/Arg | 1/4 | 2/4 | 3/4 | 4/4 |
| | IPA除去後特性 | | | | |
| | 除去量(重量部) | 90.7 | 113.3 | 110.1 | 137.5 |
| | 粒子径D10% | 0.015 | 0.020 | 0.026 | 0.037 |
| | D50% | 0.023 | 0.028 | 0.038 | 0.053 |
| | D90% | 0.051 | 0.070 | 0.158 | 0.151 |
| | N. V.(加熱残分,%) | | 7.74 | 9.72 | 13.30 |
| | 遠心分離11000rpm×10min | | | | |
| | D10% | | 0.015 | 0.020 | 0.025 |
| | D50% | | 0.022 | 0.032 | 0.041 |
| | D90% | | 0.044 | 0.059 | 0.085 |
| | N.V.(加熱残分,%) | | 7.42 | 9.17 | 12.45 |
| | 歩留率 | | 95.9% | 94.3% | 93.6% |
| | 性状値 | | | | |
| | pH | | 10.93 | 10.77 | 10.72 |
| | 伝導度(μS/cm) | | 523 | 800 | 1018 |
| | 表面張力(mN/m) | | | | 41.6 |
| | 粘度(mPa・s) | | | | |
| | 50rpm | | | | 2.94 |
| | 100rpm | | | | 2.94 |

この結果の示すように、非常に粒子径分布が細かくシャープな、しかも工程の歩留もよい透明着色液即ち着色剤が得られた。

類似の操作をアルギニンの代わりに、ヒスチジン、グリシンを用いて行なったが結果は同様であった。

【0032】

例 2.

例 1 で得られた着色剤を市販の同色のインクジェットインキと対比させ、光耐久性を調べた。

各液を隠蔽率試験紙に塗布しフェードメータで暴露し OD 値の変化を調べた。結果を下記表 2 に示す。

表 2.

| | | 系 | 本発明 | 市販品 | 市販品 |
|--------|----|---------|--------|--------|-------|
| | | 番号 | ③ | 水溶性染料系 | 顔料系 |
| | | 色素物質 | SB-70 | | |
| | | Dye濃度% | 3.75 | | |
| | | アミノ酸濃度% | 2.5 | | |
| OD | 日数 | 0 | 1.03 | 1.02 | 1.39 |
| | | 1 | 1.03 | 1.01 | 1.38 |
| | | 4 | 0.99 | 0.96 | 1.38 |
| | | 7 | 0.97 | 0.88 | 1.35 |
| | | 14 | 0.93 | 0.8 | 1.29 |
| 変化率(%) | 日数 | 0 | 100 | 100 | 100 |
| | | 1 | 100.00 | 99.02 | 99.28 |
| | | 4 | 96.12 | 94.12 | 99.28 |
| | | 7 | 94.17 | 86.27 | 97.12 |
| | | 14 | 90.29 | 78.43 | 92.81 |

この結果から、本発明の着色剤はほぼ顔料系の着色剤に匹敵する光耐久性を y

有することが判明した。

【0033】

例3.

実施例1で得られた着色剤④について市販のプリンターを利用した手製の試験機で印字試験を行なった結果を下記表3に示した。また、着色剤④の保存安定性を60℃で保存した際の、1日、4日及び7日後の粒子分布を測定することにより評価した。

表3.

| インク配合 | 本発明 | |
|---------------|--------------------|-------|
| 実施例1着色剤④ | 48.4 | 市販品 |
| IPA | 3 | 水性染料系 |
| ジエチレングリコール | 10 | インキ |
| グリセリン | 5 | |
| DIW | 33.6 | |
| 合計 (重量部) | 100 | |
| フィルタ性 | 0.8 μ mメンブランOK | |
| 性状値 | | |
| 粒子径 | | |
| D10% | 0.026 | |
| D50% | 0.042 | |
| D90% | 0.091 | |
| 表面張力 | 38.0 | 28.9 |
| 粘度 | | |
| 50rpm | 3.06 | 2.48 |
| 100rpm | 3.06 | 2.48 |
| 印字性 | | |
| BC-30ヘッド(黒) | | |
| 印字性 | 4 | 5 |
| ドット径 | 80 μ m | |
| OD値 | | |
| 普通紙CP250 | | |
| 無し | 0.67 | 0.92 |
| R | 0.91 | 1.21 |
| G | 0.43 | 0.63 |
| B | 0.24 | 0.33 |
| 光沢紙SP101 | | |
| 無し | 0.75 | |
| R | 1.52 | |
| G | 0.37 | |
| B | 0.15 | |
| 耐水性 | 3 | 1 |
| さつ過性 | 5 | 5 |
| BC-31ヘッド(カラー) | | |
| 印字性 | 1 | 5 |

実施例1 ④着色剤

| 性状値 | |
|------------------|-------|
| 加熱残分(%) | 12.5 |
| pH | |
| 粘度 50rpm | 2.94 |
| 100rpm | 2.94 |
| 粒子径 D10% | 0.025 |
| D50% | 0.041 |
| D90% | 0.085 |
| 伝導度(μ S/cm) | 1018 |
| 表面張力(mN/m) | 41.6 |
| 60℃保存安定性 | |
| 1day後 D10% | 0.028 |
| D50% | 0.045 |
| D90% | 0.082 |
| 4day後 D10% | 0.024 |
| D50% | 0.040 |
| D90% | 0.085 |
| 7day後 D10% | 0.025 |
| D50% | 0.040 |
| D90% | 0.084 |

染料系インキの特性、特に耐水性は十分改善されており使用に耐えるものであることが判明した。また、本発明の着色剤が保存安定に優れることも判明した。

【0034】

比較例 1.

第二工程の省略と第三工程における両性電解質を使用しない系で例 1 に準じて行なった。その結果を下記表 4 に示す。

表 4.

| 工程 | 染料液添加回数 | 第二工程なしの系 | | | 両性電解質なしの系 |
|------|----------------------|---------------|------------|-------|-----------|
| | | 1回目 | 2回目 3回目 | | 1回目 |
| | 液記号 | H① | H② H③ | | K① |
| 第三工程 | 相転換 | | | | |
| | 配合 | | | | |
| | 染料溶解液 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| | DIW | 178 | | | 400 |
| | アルギニン(9%) | 222 | | | 0 |
| | H① | | 400 | | 0 |
| | H② | | | 400 | 0 |
| | 合計 (重量部) | 500 | 500 | 500 | 500 |
| 第四工程 | IPA除去後の理論値 | | | | |
| | Dye濃度 | 1.25% | 2.50% | 3.75% | 1.25% |
| | Arg濃度 | 5.00% | 5.00% | 5.00% | 0.00% |
| | Dye/Arg | 1/4 | 2/4 | 3/4 | 1/0 |
| | IPA除去後特性 | | | | |
| | 除去量 (重量部) | 89.2 | 104 | 105.6 | 100.2 |
| | 粒度分布D10% | | 0.033 | 0.063 | 0.053 |
| | D50% | | 0.054 | 0.220 | 0.105 |
| | D90% | | 0.142 | 2.393 | 0.327 |
| | N. V. (加熱残分,%) | | | 8.3 | 1.13 |
| 第五工程 | 遠心分離11000rpm × 10min | 粗大粒子発生のためSTOP | | | |
| | D10% | | | | 0.0458 |
| | D50% | | | | 0.0839 |
| | D90% | | | | 0.1849 |
| | N.V. (加熱残分,%) | | | | 0.76 |
| | 歩留率 (加熱残分,%) | | | | 67.20% |

この例から第二工程の必要性および両性電解質の必要性が明確となる。

【0035】

【発明の効果】

本発明は光耐久性のある廉価なインクジェットインキ用の着色剤を提供する手法を見出したものである。従ってこの分野における現在および将来新しく出来てくる着色剤の製造法に大いに貢献するものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 機械選択性のない、光耐久性の大きな、信頼性の高い、しかも安価なインクジェットインキ用の着色剤を提供すること。

【解決手段】 本発明は色素物質の化学特性に着目し、その特性に忠実に過去の蓄積技術の法則を巧みに利用し、簡単な五つの工程からなる手法で、画期的な微粒子着色剤の製造法を確立したものである。

【選択図】 なし

特願 2003-110438

出願人履歷情報

識別番号

[592161213]

1. 変更年月日

1992年 7月24日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都葛飾区西新小岩3丁目5番1号

氏 名

大成化工株式会社